

T S1/5/ALL

1/5/1

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

002284971

WPI Acc No: 1979-84179B/197947

Extn. of pure alumina using hydrochloric-sulphuric acid mixt. - with recycling of all major components

Patent Assignee: ALUMINIUM PECHINEY (PECH )

Number of Countries: 018 Number of Patents: 019

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
BE 876360	A	19791119				197947 B
EP 5679	A	19791128				197948
BR 7903052	A	19791204				197951
DK 7902035	A	19791210				198002
SE 7904256	A	19791217				198002
NO 7901640	A	19791217				198003
JP 55003383	A	19800111				198008
FR 2426019	A	19800118				198009
ZA 7902413	A	19800501				198030
DD 143596	A	19800903				198046
US 4241030	A	19801222				198102
CA 1103463	A	19810623				198130
IL 57288	A	19820730				198234
EP 5679	B	19820908				198237
DE 2963637	G	19821028				198244
JP 82047130	B	19821007				198244
HU 26372	T	19830928				198344
AT 7903648	A	19841115				198450
IT 1114011	B	19860127				198722

Priority Applications (No Type Date): FR 7815370 A 19780518

Cited Patents: DE 2807850; DE 2807862; FR 1541567; FR 1558347; FR 2338898;

FR 2360515; GB 1104088; GB 982098; FR 1541467

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

EP 5679 A F

Designated States (Regional): DE GB NL

EP 5679 B F

Designated States (Regional): DE GB NL

Abstract (Basic): BE 876360 A

Pure Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is extracted from a calcined aluminous ore contg. impurities by (a) hot treatment with a mixt. of HCl and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, the major part being HCl to form a chlorosulphuric liquor; (b) sepn. of the solid residue from the mother liquor; (c) washing the solid residue; (d) concn. of the mother liquor and pptd. of AlCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O for chloridation of the conc. liquor; (e) calcining the AlCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O; (f) recycling the effluents.

Specifically, the mother liquor is concentrated to the limit of solubility of the AlCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O and mixed with recycled sulphuric liquor, then gaseous HCl, recycled from another part of the process is bubbled through to ppte. the whole of the AlCl<sub>3</sub>. After sepn. of the ppte. the liquor contg. the impurities is degassed and the HCl recycled as above and a mother liquor contg. sulphuric acid and impurities is recovered. Potassium is introduced into this liquor to ppte. potassium ferric sulphate and sulphates of the other impurities originally in the ore. The sulphuric liquor is then recycled in the original reaction. The original acid soln. contains 20% HCl and 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and the chlorosulphuric process is effected at a temp. close the the b.pt.

The consumption of reactants is small and only comprises replacement of losses of HCl and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, the potassium being recycled.

The process can be used for natural ores or artificial minerals such as aluminosilicates, kaolin, bauxites kaolin clays, schists with or without oil etc. The process does not involve regeneration of ion exchange resins, nor fractional crystallisation as in prior art. The energy cost is comparatively low and the yield of  $Al_2O_3$  is high.

Title Terms: EXTRACT; PURE; ALUMINA; HYDROCHLORIC; SULPHURIC; ACID; MIXTURE  
; RECYCLE; MAJOR; COMPONENT

Derwent Class: E33; M25

International Patent Class (Additional): C01F-007/26; C22B-021/00

File Segment: CPI

?

⑨ 日本国特許庁 (JP)  
⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
昭55—3383

⑫ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 01 F 7/20

識別記号

庁内整理番号  
7106—4G

⑬ 公開 昭和55年(1980)1月11日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 8 頁)

⑭ 高純度アルミナの連続製造方法

⑮ 特 願 昭54—60252

⑯ 出 願 昭54(1979)5月16日

優先権主張 ⑰ 1978年5月18日 ⑱ フランス  
(FR) ⑲ 7815370

⑳ 発 明 者 ジョセフ・コーエン

フランス国エクス—アン—プロ  
パンス・シユマン・デ・ガルド  
17

㉑ 発 明 者 アラン・アジエミアン

フランス国エクス—アン—プロ

㉒ 発 明 者

パンス・アブニユ・サン—ジェ  
ローム68レジダンス・サンテ—  
ビクトワール・バチマン・ア  
ミシエル・フエラン  
フランス国エクス—アン—プロ  
パンス・アブニユ・サン—ジェ  
ローム2

㉓ 出 願 人

アルミニウム・ペシネイ  
フランス国リヨン・リュ・ドウ  
・ボンネル28

㉔ 代 理 人

弁理士 浅村皓 外4名

明 細 書

1. 発明の名称

高純度アルミナの連続製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 鉱石の処理を大割合の HCl 及び小割合の  $H_2SO_4$  を含有する再循環させた液体によつて行い、処理して生じた母液を六水和塩化アルミニウムの溶解度の限度まで濃縮したクロロ硫酸性母液を再循環させた硫酸性液体と混合し、次に  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  をほとんど全部沈殿させるために再循環させた HCl ガスを導入して塩化水素を飽和させ、沈殿を分離してから HCl ガスを再循環させて  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  を沈殿させ、且つ不純物の硫酸性液体を回収するために、不純物を含有するクロロ硫酸性液体を脱酸し、不純物の硫酸性液体を濃縮することによつてフェリカリウム硫酸塩及び鉱石に由来する不純物の量に相当する他の不純物の硫酸塩を沈殿させるために、場合によつては再循環させる右のカリウムを不純物の硫酸性液体中に導入し、且つ不純物の全くない硫酸性液体を鉱

石を処理してできるクロロ硫酸性母液に再循環させることを特徴とする、か焼したアルミナ質鉱石をクロロ硫酸で高温で処理し、処理してから処理残留物と母液とを分離し、処理残留物を洗浄し、処理した後の母液を濃縮し、濃縮した母液に塩化水素を飽和させて  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  を沈殿させ、水和塩化アルミニウムをか焼し、且つ流出物を再循環させることから成る、不純物を含有するか焼したアルミナ質鉱石から純粋なアルミナを得る方法。  
(2) 処理用の液体が HCl 20% 及び  $H_2SO_4$  5% を含有することを特徴とする上記第(1)項に記載の方法。

(3) 露露点に近い温度で処理を行うことを特徴とする上記第(1)項及び第(2)項に記載の方法。

(4) 処理して生じるクロロ硫酸性母液を次に濃縮して、遊離  $H_2SO_4$  40% ないし 65% を含有する再循環させた硫酸性液体と混合することを特徴とする上記第(1)項に記載の方法。

(5) フェリカリウム硫酸塩及び不純物の硫酸塩をか焼し、得られた  $SO_2$  を  $H_2SO_4$  に転化させ、これ

を処理回路に再循環させることを特徴とする前記  
第1項に記載の方法。

## 2 発明の詳細な説明

本発明は不純物を含有するアルミナ質鉱石をクロロ硫酸で処理し、次に処理して得た液体を濃縮し、且つ無用の物質を分離し、濃縮した液体を硫酸で処理し、次にこれに塩化水素を飽和させて六水和塩化アルミニウムをほとんど全部沈殿させ、六水和塩化アルミニウムの沈殿と不純物を含有するクロロ硫酸性母液とを分離し、沈殿を熱加水分解させて所望の純粋なアルミナを得、同時に硫酸を再循環させ、不純物のクロロ硫酸性液体を脱気し、同時にHClガスを塩化水素飽和処理に再循環させ、且つ不純物の硫酸性液体を得、最後に後者の液体中に存在する不純物を濃縮して硫酸塩沈殿物の形で除去する。新規の組合せを包含する、純粋なアルミナを得るための新規の方法に関するものである。

アルミナをアルミナ質鉱石から抽出するために鉱石を硫酸処理することは既に知られて提案され

ている。これらの方法には硫酸処理という共通の特徴があるけれども、鉱石に由来する不純物を除去するのに使用する方法では非常に相違がある。

例えば英特許第982,098号明細書ではか焼した粘土鉱石を硫酸の20%溶液で処理し、次にシリカから成る無用の分画を分離してから分離した液中に存在する不純物を固体の樹脂でのイオン交換によるか、有機溶剤によるかのどちらかで抽出することを提案した。こうして、精製した液体を蒸発させて六水和塩化アルミニウムを沈殿させた。この方法は興味はあるけれども、廃棄する前に処理しなければならない、従つて大量のエネルギーを消費する大量の液体を必要とする樹脂の再生を必要とするという不利な点がある。

もう一つのもつと最近の資料である英特許第1,104,088号明細書でも六水和塩化アルミニウムの結晶化処理を2工程で行い、例えば最初の工程では純粋な六水和塩化アルミニウムを得、一方、他の工程では純粋でない水和塩化アルミニウムを生成させることによつて六水和塩化アルミニ

ウムを結晶化させる、アルミナ質鉱石の硫酸処理を記載した。処理した後の液体中に溶解している原鉱石中にあつた不純物は蒸発及び結晶化による六水和塩化アルミニウムの最後の結晶化から出てくる母液の試料中で除去した。

このタイプの方法は熟達者にとつては非常に興味深いものではあるが、使用上不利な点があり、そのうちの二点、

(a) 塩化アルミニウムの最終の結晶化から出てくる母液の試料は大容量であり、従つて水分を蒸発させて不純物を結晶させるために大量のエネルギーを示し、

(b) この事実の他に、最後の結晶化をした後に得るこの液体はアルミナ分が多くて1/3多以上の収率になり、この物質の許容できない損失をもたらし、

ことが非常に重大である。

最後に、フランス特許第1,541,467号明細書では強く最近の方法を提案し、且つ発明した。

アルミナ質鉱石を硫酸処理した後、少なくとも

2工程で水分を蒸発させて六水和塩化アルミニウムを結晶化させ、六水和塩化アルミニウムの最初の結晶化の後に得られる母液中に溶解して存在しているカルシウムは化学量論量の硫酸を添加することによつて硫酸カルシウムの形で沈殿させて該液体から分離し、一方鉄は過剰的な有機溶剤又は金属封鎖剤によつて抽出した。この方法でも六水和塩化アルミニウムの損失を包含して、水性液体に伴う溶剤の損失、並びに溶剤で除去されなかつた不純物を除去する必要性のような不利な点を示した。

これらの循環方法では多数の利点をもたすけれども、大量のエネルギーを消費し、且つ禁止がますます厳しくなる天然水路へ排出物を廃棄するために、現在の経済状況では、これらの方法を一般に十分適用することができないことを認めなければならなかつた。

この分野でこれらの研究を続行して、六水和塩化アルミニウムを沈殿させ、且つ分離して得た母液の有効な精製と組み合わせ、得られる液体を全部

精製する、クロロ硫酸によるアルミナ質鉱石の処理方法の開発を試みた。

不純物を含有する焼成したアルミナ質鉱石から本発明の方法によつて純粋なアルミナを得る方法は、酸鉱石を高温酸処理し、処理残留物と処理母液とを分離し、処理残留物を洗浄し、処理母液を濃縮し、濃縮した母液に塩化水素を飽和させて  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  を沈殿させ、水和塩化アルミニウムを焼成し、且つ流出物を再循環させることを包含し、且つ大割合の  $HCl$  及び水割合の  $H_2SO_4$  を含有する再循環させたクロロ硫酸性液体で鉱石を処理し、処理して出てくる母液を六水和塩化アルミニウムの溶解度の限度まで濃縮し、濃縮したクロロ硫酸性母液を再循環させた硫酸性液体と混合し、次に  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  をほとんど全部沈殿させるために、再循環させた  $HCl$  ガスを導入して塩化水素を飽和させ、 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  を沈殿させるための  $HCl$  ガスを再循環させ、且つ不純物の硫酸性液体を回収するために、沈殿を分離した後不純物を含有するクロロ硫酸性液体を脱気し、不純物の硫

酸性液体を濃縮してフェリカリウム硫酸塩及び鉱石に由来する不純物の量に相当する不純物の他の硫酸塩を沈殿させるために、不純物の硫酸性液体中に場合によつて再循環させるカリウムを導入し、且つ不純物の全くなくなつた硫酸性液体を処理から出てきたクロロ硫酸性母液に再循環させることを特徴とするものである。

本質的な特徴では、本発明による方法は下記の工程、

- (a) 鉄、チタン、カルシウムなどのような他の成分をも含有するアルミナ質鉱石を、大割合の  $HCl$  及び小割合の  $H_2SO_4$  及び塩化アルミニウム / ないし 3 多、及び処理した後に  $Al_2O_3$  が 8 ないし 9 重量多に達することのできる濃度の溶解した塩化アルミニウムの多い溶液を待ることのできる、まだ存在している不純物を形成する種類の鉱石を含有する、再循環させたクロロ硫酸性水溶液で処理し、
- (b) 含浸している処理残留物とクロロ硫酸性液体とを分離し、

(c) この処理残留物から含浸液体を抽出するために、除去する不活性物質及び処理に再循環させる水溶液を得るのに十分な量の水を使用して、この処理残留物を処理し、

(d) アルミナ及び可溶性不純物を含有するクロロ硫酸性液体を蒸気中での六水和塩化アルミニウムの溶解度の限度まで濃縮し、

(e) 蒸気処理から出てくるクロロ硫酸性液体に硫酸を補充し、

(f) 六水和塩化アルミニウムが沈殿して式  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  に該当するまで塩化水素ガスをクロロ硫酸性液体に飽和させ、

(g) この結晶した、母液の含浸している水和塩化アルミニウム分画と溶解している不純物をほとんど全部含有するクロロ硫酸性液体とを分離し、

(h) 水和塩化アルミニウムの結晶を硫酸性液体で洗浄し、

(i) 水和塩化アルミニウムを洗浄して出てくるクロロ硫酸性液体を鉱石を処理するために再循

環させ、

(j) 水和塩化アルミニウムを熱分解させて純粋なアルミナを得、且つ塩酸ガス流出物及び水蒸気を吸収させて上記の洗浄液にし、

(k) 不純物のクロロ硫酸性液体を脱気し、同時に上記の塩化水素飽和のために  $HCl$  ガスを再循環させ、

(l) 塩の形のカリウムを導入し、

(m) 鉱石の処理、及び導入したカリウムから出てくる不純物の量に相当する不純物の硫酸塩が沈殿するまで硫酸性母液を濃縮し、同時に最後まで残ったこん跡の  $HCl$  ガスを除去し、

(n) 最後に、塩化水素を飽和させる前に、不純物の硫酸塩の結晶と、アルミナ及び不純物を含有するクロロ硫酸性処理液中に再循環させる硫酸性液体とを分離する。

ことから成るものである。

アルミナ質鉱石を処理する溶液は硫酸及び硫酸を含有する再循環させた水溶液から成り、その含有量は、例えば  $HCl$  約 20 多及び  $H_2SO_4$  約 5 多を



ナを包含する。

本発明は本明細書に添付した図面を参考にして、いつそうよく理解されるであろう。

図面によれば、未処理のアルミナ質鉱石をAに入れてか焼する。次にこのか焼した鉱石と再循環させたクロロ硫酸性処理液 $L_8$ とを処理反応器Bに導入する。処理残留物 $B_1$ とアルミナ及び溶解した不純物を含有するクロロ硫酸性液体 $L_1$ とを分離するために、処理して得たパルプをBからCに移す。次にDで十分な量の水を使用してケーキ $B_1$ に含浸している母液を抽出し、且つ抽出して得られる液体 $L_2$ は水和塩化アルミニウムの結晶を沈降するのに使用した液体 $L_7$ と混合してから処理反応器に導入する。

次にケーキ $B_2$ を分離する。これは本質的にシリカから成っている。

鉱石を処理し、且つ無用の物質を分離して得た液体 $L_1$ を次に蒸気中での塩化アルミニウムの溶解度の限度まで蒸発によつて濃縮するためにB中に導入する。

作る。

洗浄液の含浸した純粋な結晶 $B_7$ を次にJの中でか焼して、純粋なアルミナ及びN中で吸収されるHClガス及び水蒸気を含有するガス混合物を得る。

既に述べたように、分離処理装置Hから出てくるクロロ硫酸性液体 $L_6$ は鉱石中に最初存在した不純物の大部を溶解して含有している。次にこの液体 $L_6$ をK中に導入し、ここで脱炭して実質的に不純物を含有する硫酸性液体 $L_{11}$ 、及びGに再循環させるHClガス $G_{10}$ を得る。

液体 $L_{11}$ は例えば液塩の形で十分な量のカリウムを添加してから、水分の蒸発によつて濃縮し、且つ吸収処理装置Nに送るガス分画 $G_{13}$ であるHClの最後のこみ跡を除去するためにLの中に移す。

Lを出てゆく分画 $L_{12}$ はL中で蒸発中に沈降した複雑な硫酸塩から成る固相、及び硫酸性液体である液相を含有するパルプの形になっている。

次にMの中で2相を、後に使用することのでき

Bから出てくる液体 $L_3$ をFに移し、ここで液体 $L_{14}$ でこの液体に硫酸の補充を行う。

クロロ硫酸性液体 $L_4$ がFから出れば、置ちにG中に導入し、ここで再循環させたHClのガス分画 $G_{10}$ を導入してHClで飽和させ、六水和塩化アルミニウムを生成させて存在するアルミナを沈降させる。

Gから出てくる分画 $L_5$ は事実上固相と液相とから成るパルプであり、これはH中で六水和塩化アルミニウムの固形物分画 $B_6$ と鉄、チタン、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムなどから成る不純物の大部分を含有する液体 $L_6$ とに分離する。

次に水和塩化アルミニウムの結晶 $B_6$ をIの中に導入して、再循環させた硫酸性液体 $L_{16}$ で洗浄する。硫酸性母液 $L_6$ の全くない $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ の純粋な結晶 $B_7$ を得、一方 $L_{16}$ に同伴される $L_6$ は新規の硫酸性液体 $L_{17}$ になり、これは実質的に不純物が全くなく、且つ次に不溶性物質を洗浄して出てくる液体 $L_2$ に添加して処理液 $L_8$ を

る鉄、チタンなどの複雑な硫酸塩の混合物であるケーキ $B_{14}$ とFに送り返してアルミナ質鉱石の処理から出てくるクロロ硫酸性液体の硫酸補充を行う液体 $L_{14}$ とに分離する。

実施例

下記の組成、

$Al_2O_3$	42.08%
$Fe_2O_3$	1.37%
$TiO_2$	2.37%
$Na_2O$	0.08%
$K_2O$	0.15%
$MgO$	0.23%
$P_2O_5$	0.08%
$CaO$	1.07%

$SiO_2$ 及び他々 52.35%

を有するか焼した白陶土を本発明の方法によつて処理した。A中でか焼したこの鉱石 $26/9kg$ をBの中の、重量百分率で

全 HCl	19.98%
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4.76%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.83%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.07%
CaO	0.04%
K <sub>2</sub> O	0.02%
MgO	0.01%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.08%
H <sub>2</sub> O	74.21%

を含有するクロロ硫酸性液体 L<sub>8</sub> 13607 kg の中に入れた。処理温度は温度が105ないし110℃であり、この水準に2時間維持した。

処理して得た、まだ105℃よりも高い温度になつているパルプをCの中に移し、ここで固相 S<sub>1</sub>、と溶解したアルミナ及び鉄石中に最初存在していた大割合の不純物を含有する液相 L<sub>1</sub> とに分離した。

次にゲータ S<sub>1</sub> をDの中で水5608 kgで沈降して不溶性物質に含浸している母液を抽出して、不溶性残留物 S<sub>2</sub>、及び液体 L<sub>7</sub> に加えて処理液

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7.79%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.28%
Na <sub>2</sub> O	0.01%
K <sub>2</sub> O	0.04%
MgO	0.05%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.01%
CaO	0.21%
HCl	18.62%
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4.44%
H <sub>2</sub> O	68.55%

であつた。

この液体 L<sub>1</sub> はCから出して直ちにE中に導入し、ここで無炭酸化させて、水4162 kgを除去して、重量9638 kgの液体 L<sub>3</sub> を得たが、これは重量百分率で表わして下記の組成、

特開昭55-3383(6)  
L<sub>8</sub> にした、重量が4711 kgある残留液 L<sub>2</sub> を得た。

残留物 S<sub>2</sub> は乾燥状態で重量が1626 kgであつたから、これは重量百分率で表わして下記の組成、

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.74%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.31%
TiO <sub>2</sub>	3.75%
K <sub>2</sub> O	0.06%
CaO	0.12%
H <sub>2</sub> O	7.13%

S<sub>102</sub> 及び 83.89%  
粗A

であつた。鉄石を処理し、且つ不溶性物質を分離した後得た液体 L<sub>1</sub> は重量が13800 kgであり、重量百分率で表わして下記の組成、

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11.16%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.39%
TiO <sub>2</sub>	0.01%
Na <sub>2</sub> O	0.02%
K <sub>2</sub> O	0.06%
MgO	0.07%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.02%
CaO	0.30%
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	6.36%
HCl	26.67%
H <sub>2</sub> O	54.94%

であつた。

次に液体 L<sub>3</sub> をF中に導入し、ここで、重量百分率で下記の組成、

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.30%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.30%
K <sub>2</sub> O	0.30%
遊離 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	60.00%
全 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	61.70%
H <sub>2</sub> O	37.40%



を有する液体  $L_{14}$  8000 kg を導入して硫酸の補充を行った。

F から出てくる重量が 17638 kg のクロロ硫酸性液体  $L_4$  を R 中に移し、ここで、脱気処理装置 K から出てくる HCl ガス 1650 kg を導入して塩化水素を飽和させた。

塩化水素を飽和させて得た生成物  $L_5$  は、重量が 12655 kg あるクロロ硫酸性液体  $L_6$ 、と重量が 6633 kg であつて、重量百分率で下記の組成、

$Al_2O_3$	16.10%
$Fe_2O_3$	0.11%
$K_2O$	0.05%
$MgO$	0.02%
$CaO$	0.05%
全 $H_2SO_4$	9.30%
HCl	37.71%
$H_2O$	36.66%

$Al_2O_3$	0.25%
$Fe_2O_3$	0.44%
$TiO_2$	0.01%
$Na_2O$	0.02%
$K_2O$	0.21%
$MgO$	0.05%
$P_2O_5$	0.02%
$CaO$	0.21%
HCl	13.58%
$H_2SO_4$	38.97%
$H_2O$	46.24%

であつた。

循環による損失を補充するために、このクロロ硫酸性液体に重量 109 kg の 35% HCl 及び重量 324 kg の 96%  $H_2SO_4$  を添加して、重量百分率で次の組成、

を有する六水和塩化アルミニウムの結晶とを分離するために R に移した。

結晶  $B_6$  を I の中で、濃度が 32% の再循環させた塩酸である液体  $L_{10}$  7763 kg で洗浄して、鉱石の処理に送り返す予定の塩酸性液体  $L_7$  8896 kg を得た。

六水和塩化アルミニウムの結晶  $B_7$  は洗浄してから J の中で焼成して純粋なアルミナ 1000 kg と HCl 蒸気及び水  $G_{15}$  489 / kg とを得、HCl 蒸気と水とは M の中で洗浄吸収させ、ガス分画  $G_{13}$  と合せて六水和塩化アルミニウムを洗浄するための液体  $L_{16}$  にした。

既に記載したように、分離処理 H して出てくる、溶解した不純物を含有する液体  $L_6$  は重量が 12655 kg であつた。

この液体は重量百分率で次の組成、

$Al_2O_3$	0.24%
$Fe_2O_3$	0.42%
$TiO_2$	0.01%
$Na_2O$	0.02%
$K_2O$	0.21%
$MgO$	0.05%
$P_2O_5$	0.02%
$CaO$	0.20%
HCl	13.42%
$H_2SO_4$	40.06%
$H_2O$	45.35%

を有する新規の液体  $L_9$  を作つた。

重量が 13088 kg ある液体  $L_9$  を次に K 中に導入して、ここで脱気して HCl ガス 1650 kg を生成させ、これは  $G_{10}$  を經由して O の方へ送り、且つなお不純物を含有している本質的には硫酸性の液体 1438 kg を生成させ、これには重量 28 kg の  $K_2SO_4$  を添加して液体  $L_{11}$  1466 kg を作る。

この液体  $L_{11}$  は、水分 52 kg を蒸発させて濃縮

し、且つ水蒸気及び最後のこの際HClを除去して、これを吸収処置装置Nの方へ送るためにLに移した。

Lを出てゆく分画L<sub>12</sub>は重量が854.2kgであり、液相中に懸濁した固相から成っていた。

この分画L<sub>12</sub>をM中に導入して、ケーキB<sub>14</sub> 54.2kg及び硫酸性液体L<sub>14</sub> 8000kgを得た。

ケーキB<sub>14</sub>はL中での蒸発操作中に沈殿させて除去すべき不純物を有する硫酸塩の複塩から成り、重量百分率で表わして下記の組成、

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.29%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.72%
TiO <sub>2</sub>	0.18%
Na <sub>2</sub> O	0.37%
K <sub>2</sub> O	3.32%
MgO	1.11%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.37%
CaO	4.80%
遊離H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30.07%
全H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	59.59%
H <sub>2</sub> O	23.25%

循環させ、不純物のクロロ硫酸性液体を脱気し、同時にHClガスを飽和させるために再循環させて不純物の硫酸性液体を得、最後に後者の液体中に存在する不純物をカリウムイオンの存在で沈殿させて硫酸塩沈殿物の形で除去することから成る純粋なアルミナを得る新規の方法である。

#### 図面の簡単な説明

図面は本発明の方法による工程系統図の一例であり、

A, Jは加熱装置、Bは処理反応器、C, H, Mは分離装置、D, Iは洗滌分離装置、E, Lは蒸発装置、Fは硫酸補充装置、Gは塩化水素飽和装置、Kは脱気装置、Nは吸収装置であり、下書き数字のある各Gは気体、各Lは液体又はパルプ、各Bは固体である。

代理人 浅 村 皓

外4名

を有していた。硫酸性液体L<sub>14</sub>は液体L<sub>5</sub>に追加するためにPの中に再循環させた。

得られたアルミナは非常に純度がよく、且つ分析では、存在する少量の不純物はppmで表わされる量で存在し、これは大規模の工業的方法で得られるアルミナで一般に測定される量よりも少ないことを示した。

Fe	200 ppm よりも少量
Si	20 ppm よりも少量
Ti	10 ppm よりも少量
K	100 ppm よりも少量
Na	20 ppm よりも少量

本発明は新規の組み合わせで、不純物を含有するか焼したアルミナ質鉱石をクロロ硫酸処理し、次に処理して得た液体を蒸発し、無用の物質を分離し、硫酸液を硫酸処理し、次に塩化水素を飽和させて六水和塩化アルミニウムをほとんど全部沈殿させ、六水和塩化アルミニウムと不純物を含有するクロロ硫酸性母液とを分離し、沈殿を熱分解させて所望の純粋なアルミナを得、同時に硫酸を再

